# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2002-121576

(43) Date of publication of application: 26.04.2002

(51)Int.CI.

C10M107/38 C10M103/00 C10M103/02 C10M103/06 C10M131/04 F16C 33/10 C10N 10:12 C10N 30:06 C10N 40:02 C10N 50:08

(21)Application number: 2000-315253

(71)Applicant: MINO KOICHI

(22)Date of filing:

16.10.2000

(72)Inventor: YAMAMOTO TOMOYUKI

# (54) MEMBER WITH SOLID LUBRICATING FILM AND SOLID LUBRICANT COMPOSITION (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a member with a solid lubricating film excellent in friction coefficient and also in useful life, and a solid lubricant composition. SOLUTION: The member with a solid lubricating film is formed by coating the surface of a member with a solid lubricant comprising a fluroplastic, molybdenum disulfide and boron nitride, the lubricant preferably further comprising tetra-fluoroethylene and graphite.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報 (A) (11) 特許出願公開番号

特開2002-121576 (P2002-121576A) (43)公開日 平成14年4月26日(2002.4.26)

| (51) Int. Cl.              | · 識別記号                                  |     | FΙ      | ·        |                       | テ-マコード(参考)           |  |
|----------------------------|---|-----|---------|----------|-----------------------|----------------------|--|
| C 1 0 M                    | 107/38                                  |     | C 1 0 M | 107/38   |                       | 3J011                |  |
| •                          | 103/00                                  |     | •       | 103/00   | Α                     | 4H104                |  |
|                            | 103/02                                  |     |         | 103/02   | Z                     |                      |  |
|                            | 103/06                                  |     |         | 103/06   | С                     |                      |  |
|                            | 131/04                                  |     |         | 131/04   |                       |                      |  |
|                            | 審査請求 未請求 請求項の数5                         | DL  |         |          | (全5頁)                 | 最終頁に続く               |  |
| (21)出願番号                   | 特願2000-315253(P2000-315253)             |     | (71)出願人 | 50048028 | 35                    | -                    |  |
|                            | 1,3,1====                               |     | (11)    | 三野浩      | -                     |                      |  |
| (22)出願日                    | 平成12年10月16日(2000.10.16)                 |     |         |          | 広島県広島市安佐南区高取北1丁目22番21 |                      |  |
| \-3/ <b>—</b> 4// <b>—</b> | , ,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,, |     |         | -103号    |                       |                      |  |
|                            |   |     | (72)発明者 | f 山本 ▲   | トモ▼行                  |                      |  |
|                            |   |     |         | 兵庫県神     | 戸市灘区友田                | 田町1丁目1番5号 株          |  |
|                            |   |     |         | 式会社神     | 和テクノ内                 |                      |  |
|                            |   |     | (74)代理人 | 10007433 | 32                    | •                    |  |
|                            |   |     |         | 弁理士      | 藤本 昇                  | (外1名)                |  |
|                            |   |     | Fターム(   | 参考) 3J01 | 1 QA02 QA05           | SC05 SE04 SE05       |  |
|                            |   |     |         |          | SE06                  |                      |  |
| 4                          |   |     |         | · 4H10   | 04 AAO4A AA1          | 9A AA26A BD02C CD02A |  |
|                            |   |     |         |          |                       | PA01 QA08 QA11       |  |
|                            |   |     |         |          |                       |                      |  |
|                            |   | - 1 |         |          |                       |                      |  |

(54) 【発明の名称】固体潤滑膜付き部材、及び固体潤滑剤組成物

#### (57)【要約】

【課題】 本発明は、摩擦係数に優れ且つ耐用年数に優 れる固体潤滑膜付き部材、及び固体潤滑剤組成物を提供 することを課題とする。

【解決手段】 部材の表面に、フッ素樹脂、二硫化モリ プデン及び窒化ホウ素を含む固体潤滑剤が被着されてい る固体潤滑膜付き部材を解決手段とし、好ましくは、更 に、四フッ化エチレン、グラファイトを含有させる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 部材の表面に、フッ素樹脂、二硫化モリプデン及び窒化ホウ素を含む固体潤滑剤が被着されていることを特徴とする固体潤滑膜付き部材。

【請求項2】 前記固体潤滑剤に四フッ化エチレンが含有されている請求項1記載の固体潤滑膜付き部材。

【請求項3】 溶剤に、フッ素樹脂、二硫化モリブデン 及び窒化ホウ素が混合されていることを特徴とする固体 潤滑剤組成物。

【請求項4】 更に、四フッ化エチレンが混合されてい 10 る請求項3記載の固体潤滑剤組成物。

【請求項5】 更に、グラファイトが混合されている請求項3又は4記載の固体潤滑剤組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、必然的に生じる摺動摩擦を低減できる固体潤滑膜付き部材及び固体潤滑剤組成物、更に詳しくは、鉄道のレール分岐床板、構造物免震プレートなどの摩擦構造部材や、軸受けなどの各種の摺動機械装置の一部として用いられる摺動摩耗部品や、各種工具などに用いるのに適した、低摩擦係数で且つ高耐摩耗性を有する固体潤滑膜付き部材及び固体潤滑剤組成物に関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、 鉄道のレール分岐床板などの摩擦構造部材などのよう に、摺動摩擦を生じうる部材に対して、摩擦係数を低減 して耐摩耗性を向上させるために、部材表面に固体潤滑 腹を形成することが行われている。例えば、部材表面 に、潤滑微粒子を分散させたフィルムやオイルを被覆し たり、スパッタリング法で二硫化モリブデン膜などを形 成したりすることが知られているが、何れの手段も、固 体潤滑膜と部材との密着力が弱く、又、膜自体は耐摩耗 性を有しないので、適宜給油をしなければ短時間のうち に部材表面から膜が剥離するものであった。

【0003】また、エポキシ系樹脂エマルジョンに二硫化モリブデンとグラファイトを混合した固体潤滑剤組成物を、部材に塗布硬化させることも知られている。しかしながら、かかる固体潤滑剤組成物は、低摩擦係数という点で十分なものではなく、又、該組成物が被覆された40部材に大きな荷重が加わると、固体潤滑膜が消耗し易く、適宜給油をしなければ長く使用できるものではない。このように従来の固体潤滑剤組成物が被覆された固体潤滑膜付き部材は、適宜に潤滑油を供給しなければならず、殆ど給油しなくても、安定した低摩擦係数を維持し且つ耐摩耗性に優れたものが求められている。

【0004】本発明は、このような点に鑑みて、摩擦係数に優れ且つ耐用年数に優れる固体潤滑膜付き部材、及び固体潤滑剤組成物を提供することを課題とする。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題の下、鋭意研究した結果、下記の手段を講じることにより上記課題を解決できることを見出した。すなわち、本発明は、部材の表面に、フッ素樹脂、二硫化モリブデン及び窒化ホウ素を含む固体潤滑剤が被着されている固体潤滑膜付き部材を提供する。さらに、前記固体潤滑剤に四フッ化エチレンが含有されている前記固体潤滑膜付き部材を提供する。

【0006】また、本発明は、溶剤に、フッ素樹脂、二硫化モリプデン及び窒化ホウ素が混合されている固体潤滑剤組成物を提供する。さらに、四フッ化エチレン及び/又はグラファイトが混合されている前記固体潤滑剤組成物を提供する。

[0007]

【発明の実施の形態】以下、本発明の固体潤滑膜付き部材及び固体潤滑剤組成物について説明する。本発明の固体潤滑剤組成物は、主として摩擦係数の低減化及び結合材として、フッ素樹脂が用いられる。

【0008】フッ素樹脂としては、フッ素を含有する高 20 分子であれば特に限定されず、例えば、ポリテトラフル オロエチレン、ポリフッ化ピニリデン、ポリヘキサフル オロプロピレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、テ トラフルオロエチレンーエチレン共重合体、テトラフル オロエチレンーヘキサフルオロプロピレン共重合体など が例示され、これらの中でもポリテトラフルオロエチレ ン、ポリクロロトリフルオロエチレンが好ましく、特に ポリテトラフルオロエチレンがより好ましい。

【0009】フッ素樹脂の配合量は、本発明の固体潤滑剤組成物100重量部中に固形分換算量で20~80重量部とするのが好ましく、更に好ましくは、20~50重量部、より好ましくは25~30重量部とするのが好ましい(以下、重量部を「部」と表す)。

【0010】また、本発明の固体潤滑剤組成物に使用される二硫化モリブデンは公知のものが用いられる。二硫化モリブデンの配合量は、本発明の固体潤滑剤組成物100部中に固形分換算量で5~50部とするのが好ましく、更に好ましくは、5~30部、より好ましくは10~15部とするのが好ましい。

【0011】本発明の固体潤滑剤組成物に使用される窒化ホウ素は、公知のものが用いられる。窒化ホウ素の配合量は、本発明の固体潤滑剤組成物 100 部中に固形分換算量で  $1\sim20$  部とするのが好ましく、更に好ましくは、 $2\sim10$  部、より好ましくは  $3\sim5$  部とするのが好ましい。

【0012】本発明の固体潤滑剤組成物は、上記各成分を適当な溶媒に所定量分散混合することにより、エマルジョンの形態で使用することが好ましい。溶剤としては、これらを分散混合できるものであれば特に限定されず、公知の溶剤の1種又は2種以上を併用したものが使50 用でき、例えば、メチルエチルケトンなどが例示され

る。また、2種以上を併用した溶剤としては、例えば、 メチルエチルケトンと酢酸プチルなどが例示される。溶 剤の量としては、固体潤滑剤組成物を部材に塗布できる 程度になるように適宜調整される。

【0013】本発明の固体潤滑剤組成物には、摩擦係数をより低減させるため、必要に応じて、四フッ化エチレンを添加することができる。四フッ化エチレンの配合割合は、本発明の固体潤滑剤組成物100部中に固形分換算量で1~30部とするのが好ましく、更に好ましくは、2~10部、より好ましくは3~5部とするのが好10ましい。

【0014】さらに、本発明の固体潤滑剤組成物には、必要に応じて、グラファイト及び/又は酸化チタンを添加することができる。グラファイトの配合割合は、本発明の固体潤滑剤組成物100部中に固形分換算量で5~50部とするのが好ましく、更に好ましくは、10~30部、より好ましくは15~20部とするのが好ましい。また、酸化チタンの配合割合は、本発明の固体潤滑剤組成物100部中に固形分換算量で1~20部とするのが好ましく、更に好ましくは、3~15部、より好ま20しくは5~10部とするのが好ましい。

【0015】尚、本発明の固体潤滑剤組成物には、本発明の効果を損なわない範囲で、その他の充填材、老化防止剤、紫外線吸収剤などの各種添加剤を適宜配合することができる。

【0016】上記固体潤滑剤組成物は、上記成分を適当なミキサーで攪拌混合することにより製造することができる。配合にあたっての順序としては特に制限はなく、各成分が均一に混合されるような順序を適宜設定することができる。

【0017】得られた固体潤滑剤組成物は、部材の表面(表面全部又は表面のうちの一部の何れでもよい)に刷毛塗り、ヘラ塗り、くしごて、スプレー塗布、ローラー塗り、こて塗り等で所定厚(例えば $60~80~\mu$ m程度)に塗布され、予熱(100~150~C)して溶剤を揮発させた(セットリング)後、これを温度約270~300~Cで焼成することにより、部材の表面に強固に被着し、固体潤滑膜付き部材が形成されることとなる。

【0018】かかる固体潤滑膜付き部材の被膜層は、本発明の固体潤滑剤の単層から形成されていてもよいし、 40若しくは本発明の固体潤滑剤ではない固体潤滑剤からなる被膜(この被膜は単層又は複数層の何れでもよい)の上に本発明の固体潤滑剤からなる被膜層が形成されていてもよく、又、本発明の固体潤滑剤が複数設けられた積層構造であってもよいし、若しくは本発明の固体潤滑剤ではない固体潤滑剤からなる被膜(この被膜は単層又は複数層の何れでもよい)の上に本発明の固体潤滑剤が複数設けられた積層構造であってもよい。好ましくは固体潤滑膜付き部材の被膜層は、本発明の固体潤滑剤が複数設けられた積層構造のものがよい。尚、複数の積層構造 50

の被膜を形成する方法としては、上記の手順、すなわち、部材の表面に本発明の固体潤滑剤組成物を塗布し、セットリングして溶剤を揮発させて一層目を形成した後、同様の手順でその後の層を形成し、最後の層を塗布した後にこれを270~300℃程度で焼成して硬化させて全体として所定の膜厚に形成すればよい。

【0019】本発明の固体潤滑膜付き部材としては、一般には摺動摩擦を生じうる部材、例えば、鉄道のレール分岐床板、構造物免震プレートなどの摩擦構造部材や、軸受けなどの各種の摺動機械装置の一部として用いられる摺動摩耗部品や、各種工具などに適用できる。

#### [0020]

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げ、本発明を更に詳述する。但し、使用した化合物は下記の通りである。フッ素樹脂…ポリテトラフルオロエチレン、東亜ペイント社製、商品名ニューガメット#5000。グラファイト、二流化モリブデン、酸化チタン、窒化ホウ素、四フッ化エチレン及び溶剤…関東化学(株)製。

【0021】実施例1

フッ素樹脂60g、グラファイト20g、二流化モリブ デン15g、酸化チタン5g、窒化ホウ素5gを攪拌機 に投入し、酢酸ブチル/メチルエチルケトン混合溶剤 (酢酸プチル:メチルエチルケトン=1:3 (重量 比)) を入れながら粒子が微細化(約0.05μm以 下) するまで十分に攪拌し、本発明に係る固体潤滑剤を 得た(尚、溶剤の総量約30m1であった)。このもの を、鉄板(厚み×縦×横=15×110×260 (m m)) にスプレーガンによって吹き付け、約130~1 50℃で30分セットリングして1層目を形成し、更 30 に、その上から2層目を吹き付け、約270~300℃ で40分焼成して全体として厚み60μmの被膜層を有 する固体潤滑膜付き部材の試験体を作成した。尚、鉄板 は、鉄板表面を化学研磨してリン酸マンガン系被膜形成 剤(日本パーカライジング(株)製)を塗布し、約90 ~99℃の下、20~30分焼成し、20~30μm程 度のリン酸マンガン結晶体を形成したものを用いた(パ ーカープロセス処理済み鉄板)。

#### 【0022】比較例1

フッ素樹脂 60g、グラファイト 20g、二流化モリブデン 15gを攪拌機に投入し、酢酸プチル/メチルエチルケトン混合溶剤(酢酸プチル:メチルエチルケトン= 1:3(重量比))を入れながら粒子が微細化(約 $0.05\mu$ m以下)するまで十分に攪拌し、比較例 1 に係る固体潤滑剤を得た(尚、溶剤の総量約30m1であった)。このものを実施例 1 と同様の鉄板にスプレーガンによって吹き付け、約 $130\sim150$ ℃で30分セットリングして 1 層目を形成し、更に、その上から 2 層目を吹き付け、約 $270\sim300$ ℃で40 分焼成して全体として厚み $30\mu$ mの被膜層を有する固体潤滑膜付き部材の試験体を作成した。

5

#### 【0023】比較例2

エポキシ樹脂60g、グラファイト20g、二流化モリ プデン20gを攪拌機に投入し、メチルエチルケトン溶 剤を入れながら粒子が微細化(約0.05μm以下)す るまで十分に攪拌し、比較例2に係る固体潤滑剤を得た (尚、溶剤の総量約30m1であった)。このものを実 施例1と同様の鉄板にスプレーガンによって吹き付け、 約180~200℃で30分焼成して厚み30μmの被 膜層を有する固体潤滑膜付き部材の試験体を作成した。

#### 【0024】摩擦係数試験

実施例1及び比較例1~2で得られた試験体を、ファレ ックス形摩擦試験機(丸菱エンジニアリング(株)製) を用いて摩擦試験を行った。実施例1の経時的な変化を 図1(a)に、比較例1の経時的な変化を同図(b) に、比較例2の経時的な変化を同図(c)にそれぞれ示 す。

#### 摩耗試験

実施例1及び比較例1~2で得られた試験体を、デジタ ル膜厚計(ケット科学(株)製)を用いて摩擦試験を行 った。その結果を表1に示す。

[0025]

【表1】

|      | 実施例1 | 比較例1 | 比較例2 |
|------|------|------|------|
| 1万回後 | 5 5  | 27   | 10   |
| 2万回後 | 4 1  | 2 4  | -    |
| 3万回後 | 3 6  | 2 2  | _    |
| 4万回後 | 3 5  | 18   | -    |
| 5万回後 | 3 0  |      | _    |

【0026】図示したグラフから明らかなように、実施 例1は、経時的に摩擦係数の急激な上下動もなく、概ね 30 0.15~0.3の範囲になった。一方、比較例1は、 経時的に摩擦係数の上下動が激しく、安定性に欠けたも のであった。さらに、比較例2は、早期に摩擦係数を測 定できなくなった。また、実施例1は、5万回摩耗させ ても部材の表面に被膜を維持していたが、比較例1及び 2は、5万回摩耗まで保たなかった。

#### 【0027】実施例2

さらに、本発明の固体潤滑剤を複数積層することによっ て、より優れた性能を示すことを確認するため、下記の 試験を行った。

#### ①. 固体潤滑剤Aの調製

フッ素樹脂54部、グラファイト17部、二流化モリブ デン13部、酸化チタン8部を攪拌機に投入し、酢酸ブ チル/メチルエチルケトン混合溶剤(酢酸部チル:メチ ルエチルケトン=4:6 (重量比)) を入れながら粒子 が微細化(約0.05μm以下)するまで十分に攪拌 し、固体潤滑剤Aを得た(尚、溶剤の総量30mlであ った)。

#### ②. 固体潤滑剤Bの調製

デン13部、酸化チタン8部、ホウ化窒素4部を攪拌機 に投入し、酢酸プチル/メチルエチルケトン混合溶剤 (酢酸部チル:メチルエチルケトン=4:6 (重量 比)) を入れながら粒子が微細化(約0.05 μ m以 下)するまで十分に攪拌し、固体潤滑剤Bを得た(尚、 溶剤の総量30mlであった)。

6

#### ③. 固体潤滑剤Cの調製

フッ素樹脂54部、グラファイト17部、二流化モリブ デン13部、酸化チタン8部、ホウ化窒素4部、四フッ 10 化エチレン4部を攪拌機に投入し、酢酸プチル/メチル エチルケトン混合溶剤(酢酸部チル:メチルエチルケト ン=4:6 (重量比)) を入れながら粒子が微細化(約 0. 05μm以下) するまで十分に攪拌し、固体潤滑剤 Bを得た(尚、溶剤の総量約30mlであった)。

#### ④. 試験体の作成

実施例1と同様の鉄板の表面に、まず、上記固体潤滑剤 Aをスプレーガンによって厚み約15~20μm程度に 吹き付け、自然乾燥させて最下層を形成した。さらに、 その上から上記固体潤滑剤Aをスプレーガンによって厚 20 み約15~20 μm程度に吹き付け、約120~130 ℃で約30分セットリングして第1中間層を形成した。 さらに、その上から上記固体潤滑剤Bをスプレーガンに よって厚み約15~20μm程度に吹き付け、約130 ~150℃で約30分セットリングして第2中間層を形 成した。さらに、その上から上記固体潤滑剤Cをスプレ ーガンによって厚み約15~20μm程度に吹き付け、 約270~300℃で約40分焼成して最上層を形成し た。

# 【0028】摩擦係数試験及び摩耗試験

実施例1と同様の方法により、摩擦試験及び摩耗試験を 行った。その結果を図2及び表2に示す

[0029]

### 【表2】

40

|      | 実施例2 |
|------|------|
| 1万回後 | 7 5  |
| 2万回後 | 7 5  |
| 3万回後 | 7 0  |
| 4万回後 | 6 7  |
| 5万回後 | 67   |

【0030】図2から明らかなように、実施例2は、経 時的に摩擦係数の急激な上下動もなく、概ね0.15~ 0. 25というより上下幅の小さい範囲になった。ま た、表2から明らかなように、実施例2のものは、摩耗 度合いにも優れていることが確認された。

#### [0031]

【発明の効果】以上のように、本発明に係る固体潤滑膜 付き部材は、長期間に亘って安定的な低摩擦係数を維持 でき、且つ摩耗性に優れている。また、本発明に係る固 体潤滑剤組成物を用いれば、長期間に亘って安定的な低 フッ素樹脂54部、グラファイト17部、二流化モリブ 50 摩擦係数を維持でき且つ摩耗性に優れた被膜を形成する

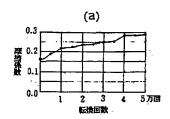
7

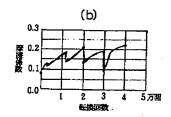
ことができる。

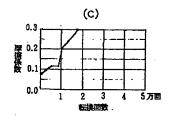
# 【図面の簡単な説明】

【図1】 (a) は実施例1について、(b) は比較例1 について、及び(c) は比較例2についての摩耗係数の

【図1】



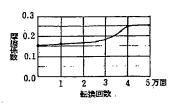




経時的変化を示すグラフ。

【図2】実施例2についての摩耗係数の経時的変化を示すグラフ。

【図2】



フロントページの続き

| (51) Int. Cl. 7  | 識別記号 | . FI    |       | テーマコード(参考) |
|------------------|------|---------|-------|------------|
| F 1 6 C 33/10    |      | F 1 6 C | 33/10 | D          |
| // C 1 0 N 10:12 |      | C 1 0 N | 10:12 |            |
| 30:06            |      |         | 30:06 |            |
| 40:02            |      |         | 40:02 |            |
| 50:02            |      |         | 50:02 |            |
| 50:08            | ·    |         | 50:08 |            |